DIN EN ISO 3146

ICS 83.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2021-03-15
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 3146:2002-06 und
DIN EN ISO 3146
Berichtigung 1:2003-05

Kunststoffe – Bestimmung des Schmelzverhaltens (Schmelztemperatur oder Schmelzbereich) von teilkristallinen Polymeren im Kapillarrohr- und Polarisationsmikroskop-Verfahren (ISO/DIS 3146:2021); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3146:2021

Plastics –
Determination of melting behaviour (melting temperature or melting range) of semi-crystalline polymers by capillary tube and polarizing-microscope methods (ISO/DIS 3146:2021);
German and English version prEN ISO 3146:2021

Plastiques –
Détermination du comportement à la fusion (température de fusion ou plage de températures de fusion) des polymères semi-cristallins par méthodes du tube capillaire et du microscope polarisant (ISO/DIS 3146:2021);
Version allemande et anglaise prEN ISO 3146:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-01-15 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an fnk@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3146:2021-02

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3146:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-01-03 AA „Physikalische, rheologische und analytische Prüfungen“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 291	siehe	DIN EN ISO 291
ISO 472	siehe	DIN EN ISO 472
ISO 11357-3	siehe	DIN EN ISO 11357-3

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 3146:2002-06 und DIN EN ISO 3146 Berichtigung 1:2003-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) Prüfaufbau und Prüfdurchführung überarbeitet;

b) Tabelle der Kalibrierstandards überarbeitet durch Korrekturen und Aufnahme weiterer Einträge, Synonyme und CAS-Nummern;

c) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 291, *Kunststoffe — Normalklimate für Konditionierung und Prüfung*

DIN EN ISO 472, *Kunststoffe — Fachwörterverzeichnis*

DIN EN ISO 11357-3, *Kunststoffe — Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC) — Teil 3: Bestimmung der Schmelz- und Kristallisationstemperatur und der Schmelz- und Kristallisationsenthalpie*

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 3146:2021-02

– Entwurf –

2021-01

prEN ISO 3146:2021

Titel de:	Kunststoffe — Bestimmung des Schmelzverhaltens (Schmelztemperatur oder Schmelzbereich) von teilkristallinen Polymeren im Kapillarrohr- und Polarisationsmikroskop-Verfahren (ISO/DIS 3146:2021)
Titel en:	Plastics — Determination of melting behaviour (melting temperature or melting range) of semi-crystalline polymers by capillary tube and polarizing-microscope methods (ISO/DIS 3146:2021)
Titel fr:	Plastiques — Détermination du comportement à la fusion (température de fusion ou plage de températures de fusion) des polymères semi-cristallins par méthodes du tube capillaire et du microscope polarisant (ISO/DIS 3146:2021)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3146:2021-02

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... **3**

Vorwort ... **4**

Einleitung ... **5**

1 Anwendungsbereich ... **6**

2 Normative Verweisungen ... **6**

3 Begriffe ... **6**

4 Verfahren A — Kapillarrohr ... **7**
4.1 Kurzbeschreibung ... **7**
4.2 Geräte (siehe Bild 1) ... **7**
4.3 Proben ... **7**
4.3.1 Allgemeines ... **7**
4.3.2 Eigenschaften ... **8**
4.3.3 Konditionierung ... **8**
4.4 Durchführung ... **9**
4.4.1 Kalibrierung ... **9**
4.4.2 Bestimmung ... **10**
4.5 Prüfbericht ... **11**

5 Verfahren B — Polarisationsmikroskop ... **11**
5.1 Kurzbeschreibung ... **11**
5.2 Prüfeinrichtung ... **11**
5.3 Proben ... **12**
5.3.1 Pulverförmige Materialien ... **12**
5.3.2 Geformte und granulatförmige Materialien ... **12**
5.3.3 Folienmaterialien ... **12**
5.3.4 Konditionierung ... **12**
5.4 Durchführung ... **12**
5.4.1 Kalibrierung ... **12**
5.4.2 Bestimmung ... **13**
5.5 Präzision ... **13**
5.6 Prüfbericht ... **13**

Literaturhinweise ... **14**

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3146:2021-02

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3146:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 3146:2000 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 3146:2021 wurde von CEN als prEN ISO 3146:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3146:2021-02

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieser Internationalen Norm Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 249, *Kunststoffe*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese vierte Ausgabe ersetzt die dritte Ausgabe (ISO 3146:2000), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

a) die Angaben zu den Geräten und zum Messverfahren wurden überarbeitet;

b) die technische Berichtigung 1 aus dem Jahr 2002 wurde eingebunden;

c) die Tabelle der Kalibrierstandards wurde durch Ergänzung weiterer Einträge, Synonyme und CAS-Nummern von organischen Chemikalien, Korrektur von Fehlern und Ändern der Schmelztemperaturen den ergänzten Verweisungen entsprechend überarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3146:2021-02

Einleitung

Das Schmelzverhalten eines kristallinen oder teilkristallinen Polymers ist eine strukturempfindliche Eigenschaft.

Bei Polymeren gibt es gewöhnlich keinen scharfen Schmelzpunkt, wie er bei niedermolekularen Stoffen beobachtet wird. Stattdessen wird beim Erwärmen ein Schmelztemperaturbereich von der ersten Veränderung der Form der festen Teilchen bis zur Umwandlung in eine hochviskose oder viskoelastische Flüssigkeit beobachtet, der vom Verschwinden der kristallinen Phase begleitet wird. Der Schmelzbereich hängt von einer Reihe von Parametern ab, wie der molaren Masse, der molaren Massenverteilung, dem Kristallinitätsgrad und den thermodynamischen Eigenschaften.

Der Schmelzbereich kann auch von experimentellen Parametern wie der thermischen Vorgeschichte der Probe, der Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeit usw. abhängen. Das Peakmaximum des Schmelzbereiches oder dessen Mittelwert wird gelegentlich konventionell als „Schmelztemperatur“ bezeichnet.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3146:2021-02

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt zwei Verfahren zur Ermittlung des Schmelzverhaltens von teilkristallinen Polymeren fest.

Die nach den verschiedenen Verfahren bestimmten Schmelztemperaturen weichen aus den in der Einleitung erläuterten Gründen gewöhnlich um einige Kelvin ab.

Verfahren A: Kapillarrohr

Dieses Verfahren beruht auf den Veränderungen der Form des Polymers. Es ist auf alle teilkristallinen Polymere und ihre Formmassen anwendbar.

ANMERKUNG 1 Verfahren A kann auch zur Bestimmung der Erweichung nichtkristalliner Feststoffe angewendet werden.

Verfahren B: Polarisationsmikroskop

Dieses Verfahren beruht auf den Veränderungen der optischen Eigenschaften des Polymers. Es ist auf Polymere mit doppelbrechender kristalliner Phase anwendbar. Für Kunststoff-Formmassen, die Pigmente und/oder andere Zusätze enthalten, die die Doppelbrechung der polymeren, kristallinen Zone stören könnten, kann es möglicherweise ungeeignet sein.

ANMERKUNG 2 Ein weiteres, für teilkristalline Polymere anwendbares Verfahren ist in ISO 11357-3, *Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization*, beschrieben.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 291, *Plastics — Standard atmospheres for conditioning and testing*

ISO 472, *Plastics — Vocabulary*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 472 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter https://www.iso.org/obp

— IEC Electropedia: verfügbar unter http://www.electropedia.org/

3.1
Schmelzbereich
Temperaturbereich, in dem kristalline oder teilkristalline Polymere ihre kristallinen Eigenschaften oder Partikelform beim Erwärmen verlieren

Anmerkung 1 zum Begriff: Die nach Verfahren A und Verfahren B bestimmten „Schmelztemperaturen“ werden in 4.1 und 5.1 festgelegt.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 3146:2021-02

4 Verfahren A — Kapillarrohr

4.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird mit einer geregelten Geschwindigkeit erwärmt und die Probentemperatur wird bei der ersten sichtbaren Formänderung und erneut beim vollständigen Verschwinden der kristallinen Phase gemessen.

Die erste Temperatur wird als Schmelztemperatur der Probe betrachtet, während der Bereich zwischen den beiden Temperaturen den Schmelzbereich beschreibt.

ANMERKUNG Dieses Verfahren kann für nichtkristalline Materialien angewendet werden, wenn es die entsprechenden Vorgaben oder Vereinbarungen zwischen den interessierten Stellen fordern.

4.2 **Geräte** (siehe Bild 1)

4.2.1 Schmelztemperatur-Gerät, aus folgenden Teilen bestehend:

a) zylindrischem Metallblock, dessen oberer Teil hohl ist und eine Kammer bildet;

b) Metallstopfen mit zwei oder mehreren Bohrungen, durch die ein Thermometer und ein oder mehrere Kapillarrohre in den Metallblock eingesetzt werden können;

c) Heizsystem für den Metallblock, z. B. ein in den Block eingesetzter elektrischer Widerstand;

d) Temperaturregler (Thermostat) für die Einstellung des elektrischen Stromes, falls eine elektrische Heizung verwendet wird;

e) vier Fenstern aus hitzebeständigem Glas in den seitlichen Wänden der Kammer, diametrisch in rechten Winkeln zueinander angeordnet. Vor einem dieser Fenster ist eine Lupe zur Beobachtung des Kapillarrohres angebracht. Die drei anderen Fenster werden zur Beleuchtung des Inneren der Kammer durch Lampen verwendet.

ANMERKUNG Andere geeignete Schmelztemperatur-Geräte können verwendet werden, vorausgesetzt, dass mit ihnen die gleichen Ergebnisse erzielt werden.

4.2.2 Kapillarrohr aus hitzebeständigem Glas, an einem Ende geschlossen.

Der größte Außendurchmesser sollte vorzugsweise 1,8 mm betragen.

4.2.3 Kalibriertes Thermometer mit Skalenwerten von 0,1 °C. Die Thermometer-Sonde muss so ausgerichtet sein, dass der Wärmeübergang im Gerät nicht behindert wird.

ANMERKUNG Andere geeignete Temperaturmessgeräte können verwendet werden.

4.3 Proben

4.3.1 Allgemeines

Die verwendeten Proben müssen repräsentativ für das zu prüfende Material sein.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 3146:2021-02